

## PRODUCTION OF POLARIZING PLATE

Patent number: JP7333425  
Publication date: 1995-12-22  
Inventor: FURUHASHI SHIGEKI; others: 02  
Applicant: NIPPON KAYAKU CO LTD  
Classification:  
- international: G02B5/30  
- european:  
Application number: JP19940142192 19940602  
Priority number(s):

### Abstract of JP7333425

**PURPOSE:** To produce a polarizing plate having an excellent dimensional stability against heat treatment and an excellent water resistance by heat-treating a polarizing raw film at a specified temp. or higher.

**CONSTITUTION:** A polarizing raw film stretched in a wet state is heat treated at >95 deg.C. In this method, the polarizing raw film to be used is not limited, and for example, a polyvinylalcohol film or ethylene-vinylacetate copolymer saponified film is used as the base film, especially a polyvinylalcohol film as the base film is preferable. A dichromatic dye or iodine is adsorbed and oriented to the base film to give a polarizing function. The dichromatic dye used is, for example, a water-base dye such as acid dye and direct dye is preferable. As for the structure of the dye, azo dye, stilbene dye, anthraquinone dye, methine dye, cyanine dye and the like can be used.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

【物件名】

刊行物 1

刊行物 1

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-333425

(43) 公開日 平成7年(1995)12月22日

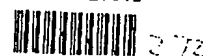
(51) Int. Cl.  
G02B 5/30

識別記号 庁内整理番号

F I

技術表示箇所

【添付書類】



審査請求 未請求 請求項の数 6 F D (全4頁)

(21) 出願番号 特願平6-142192

(22) 出願日 平成6年(1994)6月2日

(71) 出願人 000004086

日本化薬株式会社  
東京都千代田区富士見1丁目11番2号

(72) 発明者 古橋 繁樹

埼玉県岩槻市金重173-10

(72) 発明者 竹花 久美子

埼玉県川越市市場2530-7

(72) 発明者 桜井 弘

埼玉県入間市根岸419-2

(54) 【発明の名称】 偏光板の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 偏光板の湿熱、乾熱での寸法変化、及び耐水性の改善。

【構成】 偏光素膜を95℃以上の温度で熱処理すること  
を特徴とする偏光板の製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】偏光素膜を95℃以上の温度で熱処理することを特徴とする偏光板の製造方法。

【請求項2】偏光素膜を95℃以上の温度で熱処理した後、支持体に貼付することを特徴とする偏光板の製造方法。

【請求項3】偏光素膜がポリビニルアルコールを基材とし、湿式延伸した染料系の偏光素膜である請求項1または2の偏光板の製造方法。

【請求項4】熱処理の温度が95℃～135℃である請求項1または2の偏光板の製造方法。

【請求項5】熱処理が偏光素膜の緊張下乾熱方式でなされる請求項1または2の偏光板の製造方法。

【請求項6】乾熱方式が熱風乾燥方式である請求項5の偏光板の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、熱及び温度による寸法変化及び耐水性に優れた偏光板の製造方法を提供するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、液晶表示装置が車載用、又は屋外用に使用されるにあたり一段の耐久性の向上が要望されている。ところで、通常の偏光板は、偏光能を有する偏光素膜の両面に接着剤層を介し、光学的透明性、無配向性に優れた酢酸セルロース系フィルムが支持体として使用される。偏光素膜としてはポリビニルアルコール系フィルムを染色（ヨウ素、二色性色素）、一軸延伸したものが代表的に用いられる。しかし、ポリビニルアルコール系フィルム、酢酸セルロース系フィルムとも親水性であり再湿性の接着剤により貼合わされているのが一般的である。このため、得られた偏光板は長時間高湿度雰囲気下では吸水性が大きく、寸法安定性、マイクロクラックの発生等の問題が生じる。例えば、染料系偏光板の製造において、ポリビニルアルコール系フィルムを湿式延伸して得られる偏光素膜は通常60℃～70℃の温度で乾燥されている。しかし、この乾燥温度で製造した偏光板は湿熱、乾熱下での寸法変化、ヒートサイクル試験等でのマイクロクラック発生を起こし、耐水性も不十分である。この問題を解決するため、例えば特公平5-681号公報ではビニルアルコール系偏光素膜の少なくとも一方の面に酢酸セルロース系保護フィルムを接着材料を用いて接着し、ついで90～110℃の温度にて熱処理することで耐湿性及び寸法安定性を改善することが提案されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかし、特公平5-681号公報に記載の方法では、車載用等の高耐久性が要求される分野においては耐湿性、寸法安定性、耐水性不足によるマイクロクラック発生の抑制等まだ十分満足出

来るものではなく、いっそうの改良が要望されている。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、上記問題点の改善された偏光板の製造方法について種々検討の結果、湿式延伸した偏光素膜を95℃以上の温度で熱処理することにより熱による寸法安定性及び耐水性の良好な偏光板が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。即ち、本発明は、(1)偏光素膜を95℃以上の温度で熱処理することを特徴とする偏光板の製造方法、

(2)偏光素膜を95℃以上の温度で熱処理した後、支持体に貼付することを特徴とする偏光板の製造方法、

(3)偏光素膜がポリビニルアルコールを基材とし、湿式延伸した染料系の偏光素膜である上記(1)または(2)の偏光板の製造方法、(4)熱処理の温度が95℃～135℃である上記(1)または(2)の偏光板の製造方法、(4)熱処理が偏光素膜の緊張下乾熱方式でなされる上記(1)または(2)の偏光板の製造方法、

(5)乾熱方式が熱風乾燥方式である上記(4)の偏光板の製造方法、に関する。

20

【0005】本発明で使用する偏光素膜は、特に制限ないが、ポリビニルアルコール系フィルム又はエチレン-酢酸ビニル共重合体ケン化物フィルムを基材としたものが好ましく、この基材に二色性染料又は沃素を吸着配向させ、偏光能を付与したものが一般的に用いられる。基材は延伸乾燥後25～50μm程度の膜厚になるものが好ましく、延伸前の膜厚は例えば約60～70μm程度である。吸着配向方法としては、特に制限なく、例えば二色性染料の水溶液にポリビニルアルコール系フィルム又はエチレン-酢酸ビニル共重合体ケン化物フィルムを浸漬、染色し3～5倍に縦方向に一軸延伸するか、又は予め縦方向に一軸延伸したフィルムを上記水溶液に浸漬して染色する方法があげられる。好ましい方法としては、例えば染色したフィルムを、濃度約2～5%のほう酸水溶液中で約30～60℃で延伸する方法があげられる。その詳細は、例えば特開昭59-145255号公報や特開昭60-156759号公報に記載されている。得られた延伸フィルムは、必要に応じ、緊張下、水又はアルコールで表面が洗浄される。尚、予め二色性染料を添加して着色した基材を使用する場合は、その基材をそのまま縦方向に一軸延伸すればよい。

【0006】ここで使用する二色性染料としては、例えば酸性染料、直接染料等の水溶性染料が好ましく、その構造としては、例えばアゾ系染料、スチルベン系染料、アントラキノン系染料、メチン系染料、シアニン系染料等が使用できる。具体的な例としては、例えば特開昭59-145255号公報や特開昭60-156759号公報記載のジスアゾ化合物、特開平3-78703号公報記載のトリスアゾ化合物及びカラーインデックスセネリックネームで表されるCI Direct Yellow 12、CI Dire

CI Yellow 44, CI Direct Orange 26, CI Direct Orange 39, CI Direct Red 2, CI Direct Red 23, CI Direct Red 31, CI Direct Red 79, CI Direct Red 81, CI Direct Violet 9, CI Direct Violet 35, CI Direct Violet 51, CI Direct Blue 15, CI Direct Blue 78, CI Direct Blue 90, CI Direct Blue 168, CI Direct Blue 202, CI Direct Blue 203, CI Direct Brown 2, CI Direct Black 17, CI Direct Black 19, CI Direct Black 118, CI Direct Black 132 等があげられる。尚、

これらの水溶性染料は、偏光能を与えうる色素成分の含有率が95%、より好ましくは99%以上（いずれも重量比）であることが望ましく、無機塩や未反応物等の目的色素成分以外の不純物はイオン交換法、再結晶法等の方法により除去される。実際の使用に際しては、単一染料では特有の波長域のみしか偏光特性を有しないため、最も一般的に用いられる400~700nmの可視光線の全波長域にわたって優れた偏光特性を有する偏光素膜を得るために、この波長域内で異なる範囲に吸収特性を有する2種類以上の水溶性染料を適宜配合して使用するのが好ましい。具体的な組み合わせの例としては、CI Direct Orange 39, CI Direct Red 81, 特開昭59-145255号公報の実施例23に記載のグリーン、特開平3-78703号公報記載のブルーの4種類配合等がある。

【0007】上記方法で得られた偏光素膜は、好ましくは緊張下（テンションをかけた状態で）熱処理される。熱処理は95℃以上の温度で、より好ましくは、光学特性の観点から、95℃~135℃の温度で、さらに好ましくは100℃~130℃の温度で行われる。処理時間は1~10分間程度、好ましくは2~5分間程度が適当である。処理方法としては、湿熱処理、乾熱処理のいずれでもよいが、乾熱処理が好ましく、熱風乾燥、電熱乾燥等の種々の乾燥方法が採用できる。

【0008】以上の方法で熱処理された偏光素膜の片面又両面に、必要に応じ、支持体を接着剤を用いて貼付し、さらに必要に応じ、乾燥することにより本発明の偏光板が得られる。ここで使用する支持体としては、例えばアルカリで表面処理した三酢酸セルロースフィルム（富士写真フィルム（株）製、FT-80）、二酢酸セルロースフィルム等があげられる。接着剤としては、例えばポリビニルアルコール等があげられる。その膜厚は約50~80μm程度がよい。ポリビニルアルコールを使用する場合、その重合度は約1700~2400、鹸化度は約98~99モル%程度の濃度約2~5%の水溶液が好ましい。

【0009】上記方法で熱処理された偏光素膜は、従来の方法（60℃前後での乾燥）で得られた偏光素膜に比し、屈折率が約1.006~1.008倍になっていることが判明した。このことは、本発明方法で得られた偏光素膜の基材の結晶化度が従来の方法で得られた偏光素

膜の結晶化度よりも高いことを意味しており、このために本発明の偏光板は、従来の方法で得られた偏光板よりも、耐熱寸法安定性が優れ、又マイクロクラックの発生が抑制されたものと考えられる。

#### 【0010】

【実施例】以下実施例及び比較例を挙げて本発明をさらに具体的に説明するが、本発明がこれらの実施例に限定されるものではない。

#### 実施例1

ポリビニルアルコール系フィルムを40℃の温水中で膨潤し、ついでCI Direct Orange 39, CI Direct Red 81, 特開昭59-145255号公報の実施例23に記載のグリーン、特開平3-78703号公報記載のブルーを重量比で4:3:2:2の割合で配合した二色性染料の0.1%水溶液で40℃、2分間染色後、濃度2.5%のほう酸水溶液中40℃で4倍に縦方向に一軸延伸した。得られた偏光素膜を緊張下100℃で3分間熱処理（熱風乾燥）した。この熱処理した偏光素膜の両面に、重合度1700、鹸化度99.9モル%のポリビニルアルコールの4%水溶液を塗布した、アルカリで表面処理した三酢酸セルロースフィルムを貼合わせ、80℃で6分間乾燥し、本発明の偏光板を得た。得られた偏光

板を80℃/90%RH、100℃、-40℃の各信頼性試験条件で200時間試験後の寸法変化を測定し、またマイクロクラック発生の有無を観察した。結果を表1に示した。また熱処理した偏光素膜の屈折率を測定し、表2に示した。

#### 【0011】実施例2

偏光素膜の熱処理温度を110℃にかえた以外は実施例1と同様な操作を行い本発明の偏光板を得た。信頼性試験も実施例1と同条件で実施した。結果を表1に示した。また熱処理した偏光素膜の屈折率を測定し、表2に示した。

#### 【0012】実施例3

偏光素膜の熱処理温度を120℃にかえた以外は実施例1と同様な操作を行い本発明の偏光板を得た。信頼性試験も実施例1と同条件で実施した。結果を表1に示した。また熱処理した偏光素膜の屈折率を測定し、表2に示した。

#### 【0013】実施例4

偏光素膜の熱処理温度を130℃にかえた以外は実施例1と同様な操作を行い本発明の偏光板を得た。信頼性試験も実施例1と同条件で実施した。結果を表1に示した。また熱処理した偏光素膜の屈折率を測定し、表2に示した。

#### 【0014】比較例1

ポリビニルアルコール系フィルムを40℃の温水中で膨潤し、ついで二色性染料で染色後ほう酸濃度2.5%の40℃浴中で4倍に一軸延伸した。得られた偏光素膜を緊張下60℃で乾燥し、アルカリで表面処理した三酢酸

セルロースフィルムに重合度1700、酸化度99.9  
モル%のポリビニルアルコールの4%水溶液を塗布し偏  
光素膜の両面に貼合わせ、80℃で乾燥し偏光板を得  
た。得られた偏光板を80℃/90%RH、100℃、  
-40℃の各信頼性試験条件で200時間試験後の寸法

変化及びマイクロクラック発生の有無を測定し、結果を  
表1に示した。また熱処理した偏光素膜の屈折率を測定  
し、表2に示した。

【0015】

【表1】

表1

信頼性試験後の寸法変化及びマイクロクラック発生の有無

| 実施例  | 80℃/90%RH | 100℃   | -40℃ |
|------|-----------|--------|------|
| 1    | -1.46%    | -1.65% | 無し   |
| 2    | -1.53%    | -1.58% | 無し   |
| 3    | -1.46%    | -1.43% | 無し   |
| 4    | -1.48%    | -1.35% | 無し   |
| 比較例1 | -1.88%    | -2.20% | 有り   |

【0016】

【表2】

表2

偏光素膜の熱処理温度と屈折率の関係

| 実施例  | 偏光素膜熱処理温度(℃) | 屈折率    | 屈折率の比  |
|------|--------------|--------|--------|
| 1    | 100          | 1.5148 | 1.0064 |
| 2    | 110          | 1.5160 | 1.0072 |
| 3    | 120          | 1.5168 | 1.0077 |
| 4    | 130          | 1.5170 | 1.0078 |
| 比較例1 | 60           | 1.5052 | 1.0000 |

【0017】屈折率は、実施例、比較例で得られた偏光  
素膜を20mm\*10mmの大きさに切り、アッペ屈折  
計を使用して測定した。

【0018】

【発明の効果】本発明方法によると、偏光素膜の屈折率  
を従来の約1.006~1.008倍とすることがで  
き、熱による寸法変化の少ない、またマイクロクラック  
の発生を抑制した高耐久性の偏光板得ることができる。